IGM87RT-203-569-G
CNRC 27579

RAPPORT INTÉRIMAIRE

INFLUENCE DES HAUTES ET BASSES TEMPÉRATURES SUR LA RUPTURE DES JOINTS COLLÉS À L'AIDE DE COLLES EPOXYDIQUES

Par:

François G. Hamel

Mai 1987

Institut de génie des matériaux
Conseil national de recherches Canada
75 boul. de Mortagne
Boucherville (Québec) J4B 6Y4

Résumé

Ce rapport expose les résultats obtenus à ce jour concernant les essais de rupture d'échantillons DCB d'aluminium collés à l'aide de trois colles époxy différentes. Le principal paramètre étudié est l'influence de la température (-60 à 100°C). Quelques essais après exposition dans l'eau à 50°C ont également ont effectués.

Les échantillons ont été préparés et collés par le partenaire industriel du projet.

Des courbes d'énergie à la rupture (G) ont été obtenues et les résultats sont discutés. Le type de rupture (adhésif ou cohésif) ainsi que le faciès de rupture ont également été notés. Des phénomènes de relaxation et de propagation lente de la fissure surtout aux températures élevées ont également été observés.

Une des colles est une colle commerciale tandis que les deux autres sont deux variantes d'une colle expérimentale développée pour le partenaire par un manufacturier de colles. Les deux colles expérimentales ont atteint des énergies de rupture en général très supérieures à la colle commerciale. Cependant, des ruptures cohésives à des valeurs de G très faibles sont survenues à des températures inférieures à -10°C pour quatre des échantillons du premier lot de la première colle expérimentale. Ce phénomène ne s'est pas reproduit pour le deuxième lot de la même colle ni pour la deuxième colle expérimentale. Les colles expérimentales semblent également plus sujettes au problème de rupture adhésive. La colle commerciale a un comportement plus uniforme à toutes les températures.

Quelques fractographies au microscope électronique à balayage complètent ce travail.

1.0 Procédure expérimentale

La procédure des essais de rupture a pour but de déterminer l'énergie à la rupture (G_{1c}) du joint collé. La procédure est conforme à la norme ASTM D3433 [1]. Les détails de la procédure et du montage utilisés à l'IGM sont décrits dans un rapport précédent [2]. La plupart des essais ont été effectués avec des échantillons DCB (double cantilever beam) et un petit nombre avec des échantillons CDCB (contoured double cantilever beam).

1.1 Préparation et collage des échantillons

Les échantillons, en alliage d'aluminium, sont préparés et collés par le partenaire. Avant collage, la surface subit un traitement de conversion chimique à l'acide.

Les trois colles utilisées pour cette étude sont de type époxydique monocomposante renforcé par une phase caoutchoutée. Les trois colles contiennent également un adjuvant (filler) dont la composition et la proportion varie d'une colle à l'autre. Les trois colles sont mûries (cured) à une température de 180°C. L'épaisseur nominale du joint est de .3 mm. Les deux colles expérimentales sont de couleur jaune et notées J (jaune) et JB (jaune B). La colle commerciale est de couleur grise et notée G (grise). Il s'agit du produit 4523 de American Cyanamid.

1.2 Procédure d'essais

Les essais sont effectués en mode déplacement contrôlé selon la procédure décrite à la référence 2. Il convient d'ajouter que lors des essais en température, les échantillons séjournent dans la chambre d'environnement suffisamment longtemps (>20 min) pour que la température d'équilibre soit atteinte. Ce temps d'attente a pu être plus court pour quelques essais dont il sera question plus loin. Pour les essais d'environnement, les échantillons séjournent dans un bain d'eau déminéralisée

à 50 ±2°C. Les essais ont eu lieu dans l'air à 50°C.

Après chaque essai, la surface de rupture est examinée de façon à noter le mode de rupture (adhésive ou cohésive) et la position des marques du front de fissuration.

2.0 Analyse des résultats

2.1 Comportement stable et "stick-slip"

Pour chaque essai, les courbes force-déplacement et force-temps sont enregistrées. Deux types de comportement sont observés soit la propagation stable et la propagation par saut ou "stick-slip" [3]. Les figures 1 et 2 montrent un exemple typique des courbes force-déplacement et force-temps dans le cas de propagation stable. Ce cas survient pour la plupart des essais de la colle G (sauf pour $T < -40°C$) et pour les essais de la colle J à température élevée. Les descentes verticales de la courbe force-déplacement correspondent en fait à une relaxation de la charge durant un temps de maintien du déplacement comme on peut le voir sur la courbe force-temps. L'importance de cette relaxation est faible pour la colle G et dépend peu de la température et est importante pour la colle J aux température élevées. Dans ce cas, une non-linéarité de la portion croissante de la courbe force-déplacement est également observée. Des décroissances périodiques de la charge sont également effectuées durant l'essai pour faciliter la mesure de la compliance. Le comportement "stick-slip" est illustré aux figures 3 et 4. Dans ce cas, les descentes verticales correspondent à une baisse rapide de la charge due à une propagation brutale de la fissure. Dans ce cas, la courbe force-déplacement est beaucoup plus linéaire. On observe en général pour la colle J des marques très visibles sur la surface de rupture correspondant à chacun des ponts d'arrêt de la fissure. Une zone de colle blanchie dont la largeur augmente avec la température se trouve à chacune de ces marques d'arrêt. Pour un essai comme celui des figures 1 et 2, cette zone est très large (≈5 mm) et correspond à une propagation lente de la fissure

due à un certain écoulement visco-plastique de la colle. Cette propagation est réflétée dans la non-linéarité observée dans la courbe force-déplacement.

2.2 Analyse des résultats

La longueur de la fissure d'un échantillon DCB peut être reliée à la pente de la courbe force-déplacement. La formule utilisée dans ce rapport est celle suggérée par Ripling et al. [4]:

$$C = \frac{8}{EB}\left[\frac{(a + .6\ h)^3}{h^3} + \frac{a}{h}\right] = y/P \qquad (1)$$

où c est la compliance, E le module d'Young de l'adhérent, B la largeur, a la longueur de fissure, h l'épaisseur de l'adhérent, y le déplacement et P la charge. Cette formule est légèrement différente de celle donnée dans le Standard ASTM D3433 [1] mais est considérée plus précise. Tel qu'expliqué dans la réf. 1, on peut isoler a dans l'équation 1 en résolvant l'équation du 3e degré.

La valeur de l'énergie à la rupture est [2]:

$$G_c = \frac{4P_c^2}{EB^2}\left[\frac{3(a + .6\ h)^2}{h^3} + \frac{1}{h}\right] \qquad (2)$$

où P_c est la charge critique pour la propagation. Dans le cas du comportement "stick-slip", la valeur de l'énergie d'arrêt, G_a, se calcule par la même équation en remplaçant P_c par P_a, la charge notée à l'arrêt de la fissure. Pour chaque échantillon, la moyenne de toutes les valeurs de G est calculée. Cependant, la première valeur, dans la première partie de l'échantillon est rejetée à cause, entre autres, de l'incertitude sur la mesure de a dans cette partie de l'échantillon. De plus, dans cette partie de l'échantillon, la valeur de charge atteinte dépasse souvent l'échelle choisie.

2.3 Résultats obtenus

Les résultats sont indiqués aux tables 1,2 et 3, respectivement pour les colles J, JB et G. Dans chaque table, on a indiqué le no. de l'échantillon, le temps et la température d'entreposage s'il y a lieu, la température d'essai, l'épaisseur du joint de colle, t, et les valeurs de G_{1c} et G_{1a} ainsi que le type de rupture (cohésive ou adhésive) et des remarques s'il y a lieu.

Les figures 5, 6 et 7 montrent les courbes de G_{1c} et G_{1a} en fonction de la température pour les colles J, JB et G. Les ruptures adhésives ainsi que les ruptures "fragiles" au froid dont il sera question plus loin sont indiquées sur ces courbes. Les échantillons de la colle J ont été livrés en deux lots. Le lot 1 correspond aux échantillons 1 à 15 de la table I et le lot 2 correspond aux échantillons 17 à 34. Des différences importantes ayant été notées, les résultats des deux lots sont représentés séparément. Sur ces courbes, les points correspondant à certaines anomalies (rupture adhésive et rupture "fragile" au froid) sont reliés par des lignes brisées. La figure 8 montre les courbes de G_{1c} et G_{1a} en fonction du temps de séjour dans l'eau à 50°C pour les différents adhésifs.

3.0 Discussion des résultats

La figure 9 montre une courbe du facteur d'intensité de contrainte, K_1, en fonction de la température pour un échantillon massif en résine époxydique Epikote [3]. L'allure générale de nos courbes pour les colles J et JB (figures 5 et 6) se rapproche de ce comportement. On note en particulier une augmentation de G_c en fonction de la température ainsi qu'une augmentation de l'écart entre G_c et G_a.

3.1 Température élevée

Bien que le nombre de résultats soit limité, la valeur de G diminue

aux températures très élevées. Pour la colle JB, le maximum se situe vers 80°C ou des valeurs de G aussi élevées que 3.19 et 2.73 kJ/m^2 ont été mesurées. Dans le cas de la colle J, le maximum se situe vers 50°C. Aux températures plus élevées, le fluage de la colle semble beaucoup plus important et le faciès de rupture a une couleur et un aspect très différents. L'énergie de rupture de la colle G est peu influencée par la température mais cette valeur est beaucoup plus faible que pour les colles J et JB. Le fluage de la colle J augmente à mesure qu'on se rapproche de la température de transition vitreuse, T_g, qui se situe vers 130°C pour cette colle.

3.2 Ruptures adhésives

Aucune rupture adhésive n'a été observée pour la colle G. Une seule rupture adhésive a été observée pour le 1er lot de la colle J, soit à 80°C. La surface de rupture de cet échantillon est d'ailleurs particulière avec des petites plaques de colle réparties à peu près également sur les deux faces de l'échantillon.

Pour la colle JB, des ruptures adhésives n'ont été observées qu'aux températures élevées soit à 100°C et sur la moitié d'un échantillon à 50°C. Il est surprenant que les ruptures soient 100% cohésives pour les deux échantillons testés à 80°C malgré les valeurs de G très élevées. Par contre, de nombreuses ruptures adhésives ont été observées pour le lot 2 de la colle J, sauf pour les températures inférieures ou égales à -40°C. Au-delà de 50°C, toutes les ruptures sont adhésives (seulement deux échantillons testés).

Dans le cas des ruptures adhésives, le comportement est stable sauf à 80°C ou plus où apparaît le comportement "stick-slip". L'augmentation rapide de G aux températures élevées se produit à une température environ 50°C plus élevée que pour les ruptures cohésives. On n'a pas non plus observé de maximum qui doit se situer à une température supérieure à 100°C. Ces nombreuses ruptures adhésives sont probablement dues à une

moins bonne préparation de surface pour les échantillons du lot 2 de la colle J. Bien qu'aucune rupture adhésive n'ait été observée pour la colle G, il est intéressant d'observer que dans tous les cas (sauf J21 après 15 jours dans l'eau) la résistance en rupture adhésive des colles J et JB est supérieure à la colle G.

3.3 Ruptures "fragiles" au froid

Des valeurs de G très faibles ($<.1$ kJ/m^2) ont été observées pour quatre échantillons du lot 1 de la colle J à des températures entre -40 et -20°C. Les surfaces de rupture de ces échantillons sont caractérisées par une surface ondulée ou "ripple pattern". Des valeurs nettement plus élevées ($>.4$ kJ/m^2) ont été observées pour deux échantillons du même lot à -40°C et -25°C ainsi que pour tous les échantillons du 2e lot testés à des T°<-20°C. Nous n'avons pas d'explication certaine de la raison de ces très faibles valeurs pour une partie seulement des échantillons du 1er lot. Nous avons d'abord supposé que les deux échantillons ayant des énergies de rupture plus élevées n'avaient pas séjourné suffisamment longtemps au froid avant l'essai (≈15 min) pour que la température soit uniforme dans tout l'échantillon. Des mesures avec thermocouple ont démontré qu'un temps de 15 à 20 minutes était suffisant pour que l'échantillon se stabilise à la température de la chambre. L'échantillon #7 testé à -40°C avait donc déjà atteint une température bien inférieure à -20°C. Des examens au microscope électronique à balayage ont révélé une différence de microstructure pour les échantillons présentant une surface de rupture ondulée (voir section 4).

3.4 Énergie d'arrêt (G_a)

Tel que préconisé dans le standard D3433, nous avons mesuré les valeurs de l'énergie, G_a. Certains indices nous laissent croire que cette valeur n'est pas une propriété de la colle mais dépend fortement de la valeur de G_c atteinte. Ceci est particulièrement apparent pour les couples de résultats suivants: J30 et J33 (19°C), JB2 et JB3 (-30°C), JB1

et JB4 (20°C), JB12 et JB10 (50°C), JB11 et JB13 (80°C). Dans tous ces cas, l'échantillon ayant la valeur de G_c la plus élevée a également la valeur de G_a la plus faible. Les couples suivants font exception à cette règle: J18 et J17 (-40°C) et J5 et J4 (0°C).

Dans le cas des ruptures adhésives, le comportement instable ("stick-slip") ne se produit que pour des températures égales ou supérieures à 50°C. Dans ces cas, les valeurs de G_c sont plus faibles que pour les ruptures cohésives à des températures identiques mais les valeurs de G_a sont plus élevées. De plus, dans le cas d'un comportement stable ($G_c = G_a$) pour une rupture adhésive, la valeur de G_c se situe entre celles de G_c et G_a correspondantes pour une rupture cohésive.

Lors des essais, nous avons également noté que la première valeur de G_a mesurée au début de l'échantillon était systématiquement beaucoup plus faible que les suivantes. Un gradient $|dG/da|$ très élevé dans cette portion de l'échantillon pourrait en être la cause. Il suffit en effet d'une très faible propagation de a pour une très grande variation de G.

Tous ces faits tendent à démontrer qu'une valeur élevée de G_c entraîne une valeur faible de G_a. En effet, lorsque la valeur de G_c atteinte durant l'essai est élevée, la quantité d'énergie emmagasinée dans l'échantillon est considérable. En se libérant, cette énergie peut propager la fissure sur une plus longue distance et, par conséquent, la valeur calculée de G_a sera plus faible. Il y a également lieu de croire que la fonction G(a) où a est la longueur de fissure a une influence importante sur la stabilité de la fissure et la valeur de G_a. Cette fonction G(a) dépend de la forme (rigidité) de l'échantillon et dans une moindre mesure de la rigidité de la machine d'essai. Le paramètre G_a ne serait donc pas une propriété de la colle mais dépendrait de la technique d'essai. Une analyse théorique rigoureuse pourrait aider à clarifier et quantifier ce point et peut-être permettre de proposer un autre paramètre plus significatif.

3.5 Influence d'un séjour dans l'eau

Les résultats d'essais à 50°C pour des périodes variant entre 0 et 60 jours sont résumés à la figure 8. Pour les colles JB et J (2e lot) on observe une amélioration des propriétés en fonction du temps de séjour lorsque des ruptures sont cohésives. Pour ce qui est des ruptures adhésives, on ne peut établir de corrélation avec le temps de séjour dans l'eau à cause du peu de points et de la dispersion élevée. Cependant, la tendance aux ruptures adhésives semble diminuer avec le temps de séjour dans l'eau. Une diminution importante de la résistance a été observée pour le 1er lot de la colle J après 31 jours dans l'eau. Il est difficile de tirer des conclusions basées sur un seul essai. Malheureusement, l'essai à 60 jours a été raté et n'a pu être repris. Tout comme pour les résultats des figures 5 et 6, le 2e lot de la colle J et dans une moindre mesure, la colle JB, semblent plus susceptibles aux ruptures adhésives. Le 1er lot de la colle J et la colle G ne sont pas affectés par ce type de rupture. Il faut cependant noter que l'interface de la colle G est beaucoup moins sollicité à cause de la faible valeur de résistance cohésive.

Cette amélioration de la résistance à la rupture de certaines résines époxidiques après une exposition à l'humidité a déjà été observée par d'autres auteurs [5-7]. L'explication proposée est que l'humidité augmente la plasticité de la colle et par conséquent la taille de la zone plastique en tête de fissure. L'énergie à la rupture, G, est donc plus élevée. Bien que ce mécanisme améliore la résistance à la rupture cohésive, l'humidité a un effet nocif sur l'interface et donc sur la résistance à la rupture adhésive. Ce processus serait cependant plus lent. C'est pourquoi certains auteurs [7] ont observé, lors d'essais de longue durée (>200 jours), une amélioration légère et temporaire des propriétés suivie d'une dégradation importante.

4.0 Examens fractographiques

Bien qu'un nombre relativement restreint d'échantillons ait été examiné, plusieurs observations intéressantes ont pu être faites.

4.1 Échantillon J5

Les figures 10 a) à 10 e) montrent l'échantillon J5 à différents grossissements. Sur ces photos, comme sur toutes les suivantes, la fissure se propage de droite à gauche. La marque verticale sur la photo 10 a) correspond à une ligne d'arrêt. Les formes circulaires sont des billes de verre ou les empreintes de celles-ci. Les particules d'adjuvant ("filler") sont également bien identifiables. À 100X, on constate la bonne adhésion de la matrice avec la bille de verre ou les particules d'adjuvant. À plus fort grossissement (3000 et 15000X), on distingue bien de nombreuses formes circulaires d'environ .5 µ. Celles-ci correspondent à la phase secondaire caoutchoutée servant à renforcer la matrice. Certaines de ces marques ne sont que des trous mais d'autres sont remplies et contiennent encore la sphère de phase secondaire.

L'apparence de "fromage suisse" des photos 10 d) et 10 e) est semblable à celle décrite par Bascon et al. [8] pour une résine époxydique de piperidine/bisphenol A diglycidyl ether renforcée par un caoutchouc de type CTBN. Cependant, dans le cas présent, ces pores semblent plus petits et moins nombreux.

4.2 Échantillon J3

Cet échantillon est un de ceux ayant présenté une très faible valeur de G au froid et une surface de rupture ondulée ("ripple pattern"). Ces ondulations sont visibles sur la photo 11 a) à 10X. À 100X, on observe un faciès très caractéristique des ruptures fragiles y compris de nombreuses lignes de rivières. Les sphères visibles sur la photo 11 c) ne sont pas des billes de verre mais des poudres métalliques utilisées dans le labora-

toire grande échelle de l'IGM. Une particule d'adjuvant est clairement visible sur cette photo. Sur les photos 11 d), e) et f), on remarque que la surface de rupture est beaucoup moins accidentée que dans la photo 10 d). De plus, les sphères de la phase secondaire sont de plus faibles dimensions. Cela pourrait être la cause de la plus faible valeur de G atteinte. Inversement, la plus faible valeur de G pourrait être la cause d'une déformation plus faible de cette seconde phase. D'autres examens seraient nécessaires pour éclaircir ce point. Il serait également intéressant de comparer avec des échantillons de lot 1 de la colle J testés au froid mais ayant démontré une résistance plus grande.

4.3 Échantillon G2

La colle G (figure 12 a) à 12 f)) ne présente pas de bandes d'arrêt ni d'autres détails visibles à l'échelle macroscopique. À grossissement moyen (100X) la surface semble cependant plus rugueuse que pour la colle J (comparer figure 12 b) avec figures 10 b) et 11 b)). Les figures 12 c) et 12 d) révèlent que l'adjuvant est beaucoup plus fin et plus uniformément réparti dans la matrice. À plus fort grossissement (figure 12 e) et f)), on ne distingue pas de pores mais plutôt de petites excroissances faisant ressembler la surface de rupture à un chou-fleur. Avec une si grande différence dans l'apparence de la matrice et la taille et la dispersion de l'adjuvant, il n'est pas surprenant que le comportement mécanique de la colle G soit également si différent de celui de la colle J.

4.4 Échantilon J30

— Cet échantillon fait partie du 2e lot de la colle J et fut testé à 19°C. À faible grossissement, on distingue une zone de rupture adhésive (figure 13a)), coïncidant avec une ligne d'arrêt qu'on peut apercevoir de bas en haut de la figure 13 b). Sur ces deux photos, les petites sphères sont des billes de verre et les plus grosses, des bulles d'air dans la colle. La figure 13 c) montre une ligne d'arrêt. À plus fort grossissement (13 d)) on note une différence d'aspect entre la propagation

à vitesse décroissante et faible valeur de G (à droite de la photo) et le début de la propagation rapide à valeur élevée de G. Dans la bande d'arrêt, on note une déformation plus importante due au craquelage ("crazing"). Le diamètre des pores est également plus important dans cette zone. Les figures 13 e) et f) sont deux autres agrandissements de 13 c) au centre de la ligne d'arrêt et à gauche de celle-ci. La différence dans la taille des pores est bien évidente sur ces deux photos. Les figures 14 a) et b) constituent une paire stéréo montant un grandissement du bout de la zone de rupture adhésive de la figure 13 a). Les parties lisses correspondent à une rupture purement adhésive. Le reste de la photo est une tache de rupture cohésive. Les figures 15 a) et b) constituent une autre paire stéréo du centre de la figure 13 d). Sur ces deux paires stéréo, on peut distinguer la deuxième phase caoutchouteuse au fond de certains pores.

4.5 Échantillon JB1

La figure 16 a) montre une zone de rupture adhésive coïncidant avec une ligne d'arrêt. Les lignes sur la zone de rupture adhésive correspondent à l'empreinte des marques d'usinage de la moitié opposée de l'échantillon. Les figures 16 b) et c) montrent le bout de la zone de rupture adhésive et la ligne d'arrêt correspondante. En comparant les figures 16 a) et 13 a) ou 16 c) et 13 c), on ne note pas de différence apparente dans la nature, la taille ou la forme de l'adjuvant. On note cependant qu'il y a plus de plasticité à la ligne d'arrêt dans l'échantillon J30. La figure 16 d) montre un agrandissement de 16 c). On note encore le peu de plasticité à la ligne d'arrêt et la différence de faciès entre la gauche et la droite de la photo comme pour la photo 13 d). La figure 16 e) montre un agrandissement de 16 d). Finalement, sur la figure 16 f), on note un détail semblable à la paire stéréo 14. Les pores semblent cependant plus gros sur la figure 16 f) et le plan de rupture cohésive plus près de l'interface.

Toutes les photos précédentes montrent bien les différences dans la

nature de la matrice et de l'adjuvant des colles J et G ainsi que la similitude entre J et JB. Le rôle des pores des colles J et JB est mis en évidence. La taille de ces pores est cependant inférieure à celle d'autres résultats disponibles dans la littérature [8].

5.0 Conclusions

Des essais de rupture effectués sur trois colles époxy différentes ont révélé les résultats suivants.

Les colles J et JB ont des valeurs d'énergie à la rupture nettement supérieures à celles de la colle G. Cependant, cette dernière colle démontre des résultats plus consistants, aucune rupture adhésive et un très faible effet de la température.

Les colles J et JB présentent une amélioration de leur résistance en fonction de la température jusqu'à 50 ou 80°C respectivement.

La tendance aux ruptures adhésives s'accroît avec la température pour les colles J et JB. Cela peut s'expliquer par une sollicitation plus importante de l'interface à cause de l'augmentation de la résistance à la rupture cohésive. La tendance aux ruptures adhésives est beaucoup plus importante pour le 2^{e} lot de la colle J.

Des valeurs très faibles de résistance à la rupture (cohésive) ont été mesurées à basse température pour quatre échantillons du lot 1 de la colle J. Ce phénomène ne s'est pas reproduit même à plus basse température pour le 2^{e} lot de la colle J.

Dans le cas des ruptures instables ("stick-slip"), une relation entre les valeurs de G_c et G_a a été observée. Plus G_c est élevé, plus la valeur mesurée de G_a est faible. Ces résultats nous incitent à croire que l'énergie d'arrêt, G_a, n'est pas qu'une propriété du matériau mais

est influencée par la forme de l'échantillon, la rigidité de la machine d'essai et la valeur de G_c.

Sauf une exception, la résistance à la rupture s'améliore après un séjour dans l'eau à 50°C variant entre 12 et 60 jours. Ce phénomène est déjà connu et s'explique par un ramollissement de la colle. Le séjour dans l'eau ne semble pas augmenter la probabilité de ruptures adhésives. Cependant, d'autres résultats disponibles dans la littérature indiquent qu'on ne peut extrapoler ces conclusions sur une longue période et que les propriétés devraient commencer à se dégrader après un séjour prolongé (200 jours).

Finalement, les fractographies mettent en évidence la différence de structure entre les colles J et G et confirment la présence de pores due à une deuxième phase pour la colle J. Le mécanisme de renforcement de cette colle est basé sur la formation de ces pores.

Ces résultats décrivent bien la résistance à la rupture de ces colles en fonction de la température mais suscitent également de nombreuses questions. Des essais supplémentaires seraient nécessaires pour mieux décrire entre autres le comportement à haute température et expliquer la tendance aux ruptures adhésives du 2e lot de la colle J. Des fractographies à différentes températures permettraient également de faire des observations intéressantes. Les propriétés de relaxation de ces colles en fonction de la température pourraient également être quantifiées. Finalement, des essais sous contrainte en milieu chaud et humide devraient compléter cette étude. L'influence de l'épaisseur du joint de colle devrait également être évaluée.

REMERCIEMENTS

MM. René Lavallée et Gaétan Thériault ont contribué aux essais en laboratoire et Michel Thibodeau aux travaux de microscopie électronique.

TABLE 1 CONDITIONS D'ESSAI ET RÉSULTATS POUR LA COLLE J

Ech #	entreposage durée	entreposage T°C	temp. °C	épaisseur t (mm)	G_{1c} kJ/m^2	G_{1a} kJ/m^2	rupture CO-AD	remarques
1			-20	.46	.062	.048	CO	rupture ondulée (ripple pattern)
2			25	.33	.832	.106	CO	
3			-30	.30	.079	.060	CO	rupture ondulée
4			0	.40	.584	.196	CO	
5			0	.40	.695	.212	CO	
6			80	.27	1.38	--	AD	surface mouchetée colle blanchie
7			-40	.35	.412	.191	CO	
8			50	.32	2.12	.202	CO	
9			-10	.28	.617	.231	CO	
11	21 h	-25	-25	.29	.083	.060	CO	rupture ondulée
12	15 min	-25	-25	.29	.439	.178	CO	
13	3 j	-40	-40	.49	.095	.068	CO	rupture ondulée
14	12 j	50(H_2O)	50	.31	2.12	.159	CO	
15	31 j	50(H_2O)	50	.55	1.00	.108	CO	
17	6 j/12 h	-30/-50	-40	.37	.578	.233	CO	
18	6 j/12 h	-30/-50	-40	.43	.610	.236	CO	
19	22h/30min	-45/-50	-50	.36	.480	.213	CO	
20	22h/30min	-45/-60	-60	.43	.478	.252	CO	
21	15 j	50(H_2O)	50	.38	.238	--	AD	
22	33 j	50(H_2O)	51	.45	.720	.494	AD	

TABLE 1 (suite)

Ech #	entreposage durée	entreposage T°C	temp. °C	épaisseur t (mm)	G_{1c} kJ/m^2	G_{1a} kJ/m^2	rupture CO-AD	remarques
23	60 j	50(H_2O)	50	.27	2.18	.574	CO	
24	30 min	-11	-11	.45	.304	--	AD	
25	16h/30min	30/20	21	.48	.373	--	AD	
26	30 min	50	50-47	.35	1.28	.546	CO	
27	30 min	-25	-25	.38	.483	.282	CO	2 régions distinctes (CO-AD)
					.253	--	AD	
28	30 min	80	80	.41	.947	.397	AD	
29	30 min	-10	-10	.40	.698	.281	CO	
30	30 min	20	19	.40	.979	.417	CO	
31	30 min	50	50	.39	.497	--	AD	
32	30 min	100	100	.43	1.71	.370	AD	
33	30 min	19	19	.32	.878	.450	CO	2 régions distinctes (CO-AD)
					.401	--	AD(80%)	
34	1 h	-40	-42	.35	.523	.235	CO	

Note: les échantillons 1 à 15 correspondent au lot 1 et les échantillons 11 à 34 au lot 2.

TABLE 2 CONDITIONS D'ESSAI ET RÉSULTATS POUR LA COLLE JB

Ech #	entreposage durée	entreposage T°C	temp. °C	épaisseur t (mm)	G_{1c} kJ/m^2	G_{1a} kJ/m^2	rupture CO-AD	remarques
1			20	.39	.683	.285	CO	
2	18 h	-30	-30	.36	.395	.198	CO	
3	18 h	-30	-30	.32	.388	.206	CO	
4			20	.34	.636	.292	CO	
5	6 j/12 h	-30/-50	-40	.43	.359	.184	CO	
6	33 j	50(H_2O)	48	.35	2.13	.156	CO	
7	60 j	50(H_2O)	52	.40	2.40	.199	CO	
8	20 min	-60	-62	.34	.346	.148	CO	
9	15 min	-10	-10	.28	.517	.207	CO	
10	16h/30min	30/50	50	.39	.733	.518	AD	
					1.18	.373	CO	
11	30 min	80	80	.45	3.19	.430	CO	
12	30 min	50	50	.36	1.63	.305	CO	
13	30 min	80	80	.48	2.71	.467	CO	
14	30 min	100	102	.32	2.19	--	AD	colle blanchie apparence d'écoulement
17	15 j	50(H_2O)	50	.39	2.080	.244	CO	
					1.46	—	AD	

TABLE 3 CONDITIONS D'ESSAI ET RÉSULTATS POUR LA COLLE G

Ech #	entreposage		temp. °C	épaisseur t (mm)	G_{1c} kJ/m^2	G_{1a} kJ/m^2	rupture CO-AD	remarques
	durée	T°C						
1			-20		.220	--	CO	
2			-30		.204	—	CO	
3			20		.269	—	CO	
4			25		.241	—	CO	
5			80		.438	—	CO	
6	10 min	-40	-40		.221	—	CO	
7			45-53		.316	—	CO	
8	30 min	-40	-40		.265	.248	CO	
9			21	.43	.285	—	CO	
10			100		.532	—	CO	
11			-62		.229	—	CO	
14	12 j	50(H_2O)	50		.332	—	CO	
15	31 j	50(H_2O)	50		.360	—	CO	
16	60 j	50(H_2O)	50		.362	—	CO	

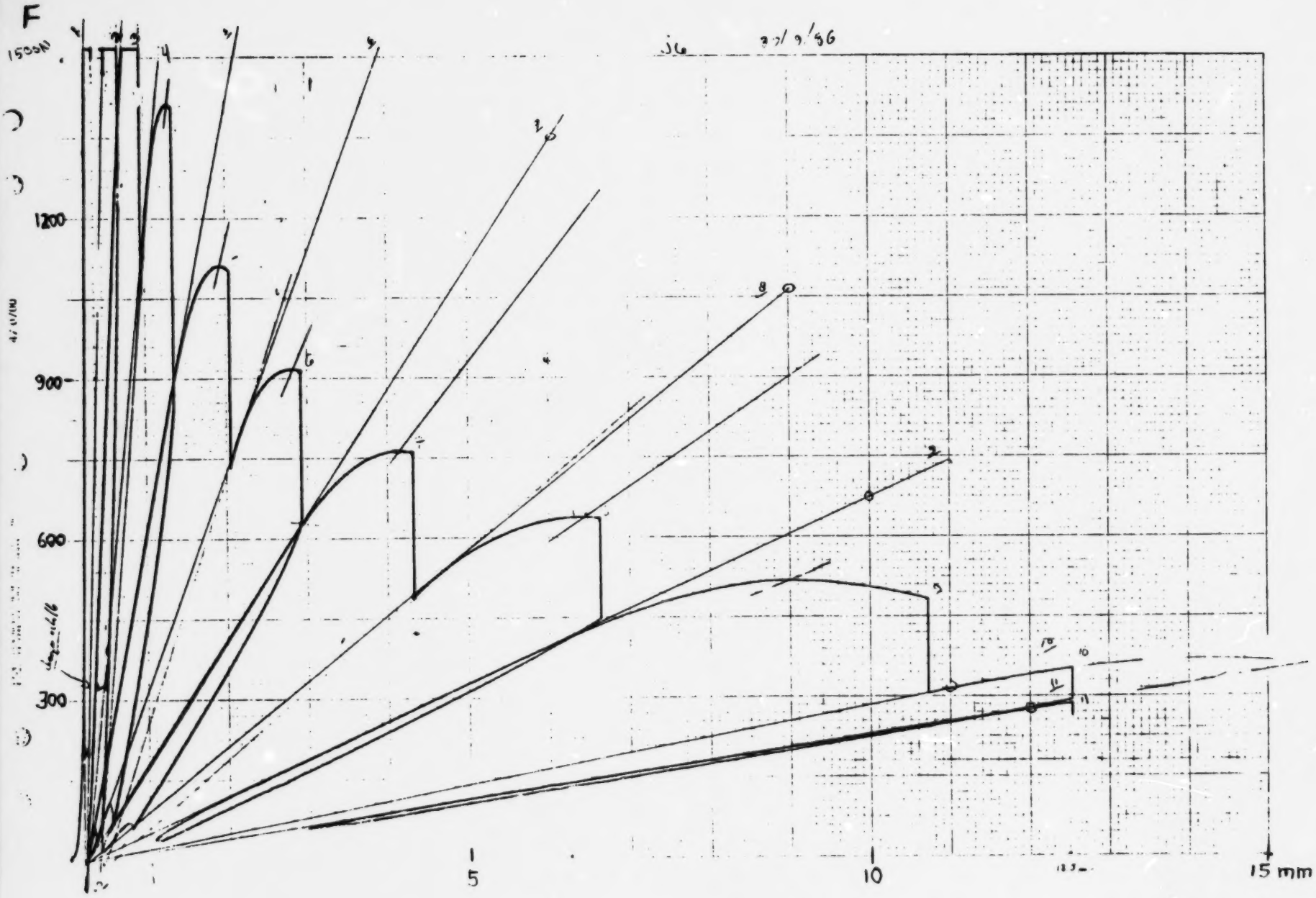

Fig. 1 Exemple de courbe force-déplacement pour un essai présentant un comportement stable.

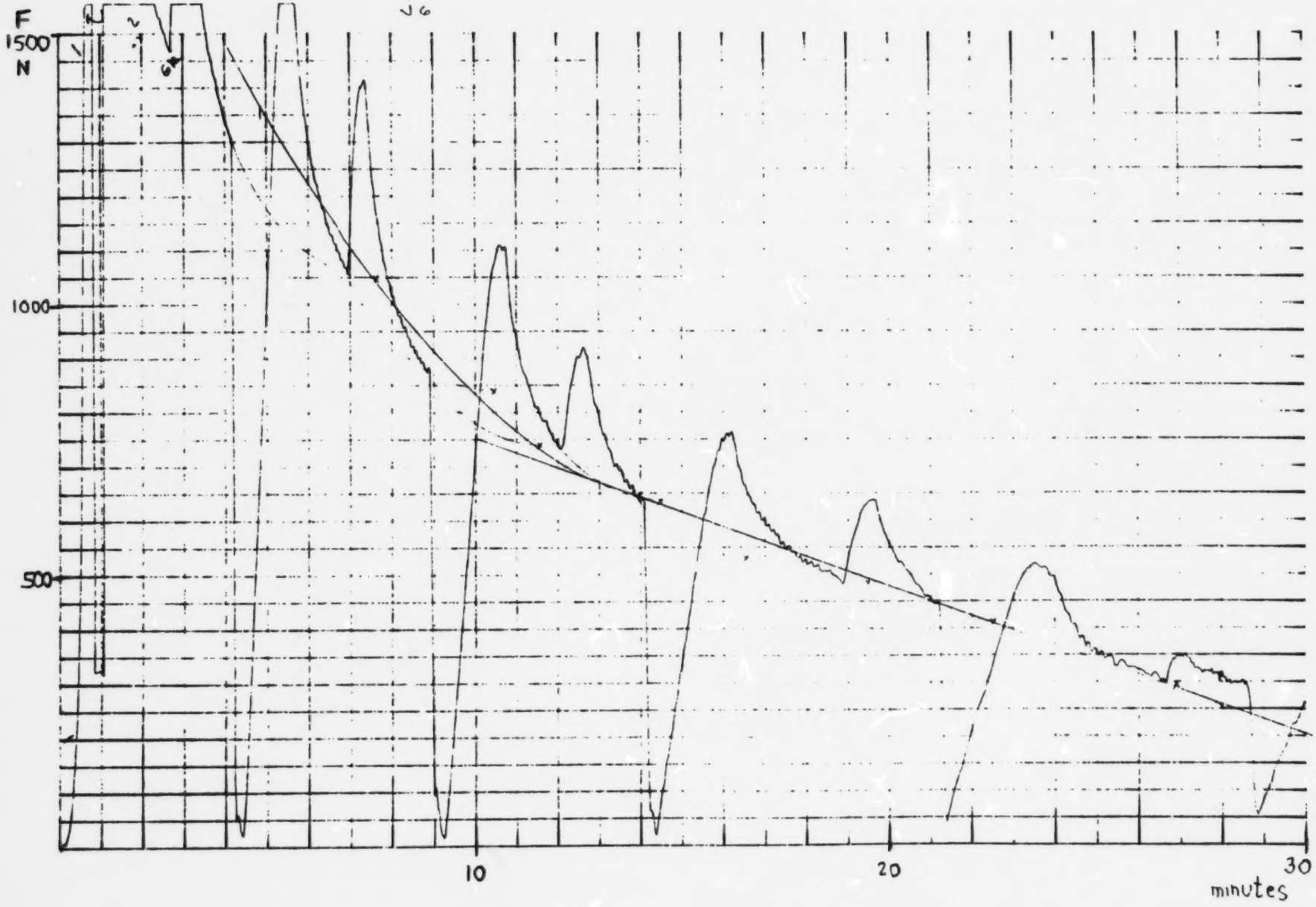

Fig. 2 Exemple de courbe force-temps pour essai présentant un comportement st[illegible]c

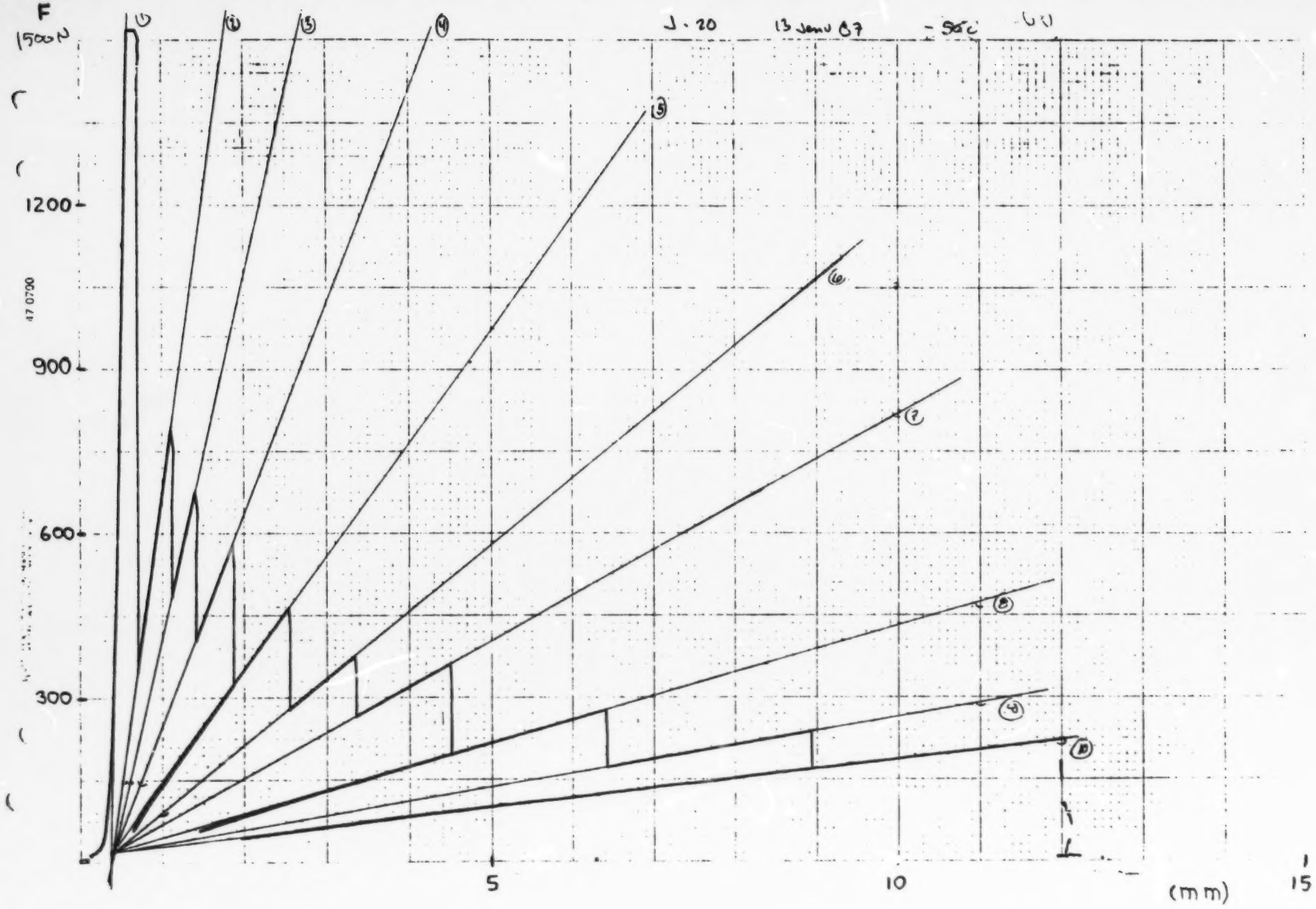

Fig. 3 Exemple de courbe force-déplacement pour un essai présentant un comportement instable ("stick-slip")

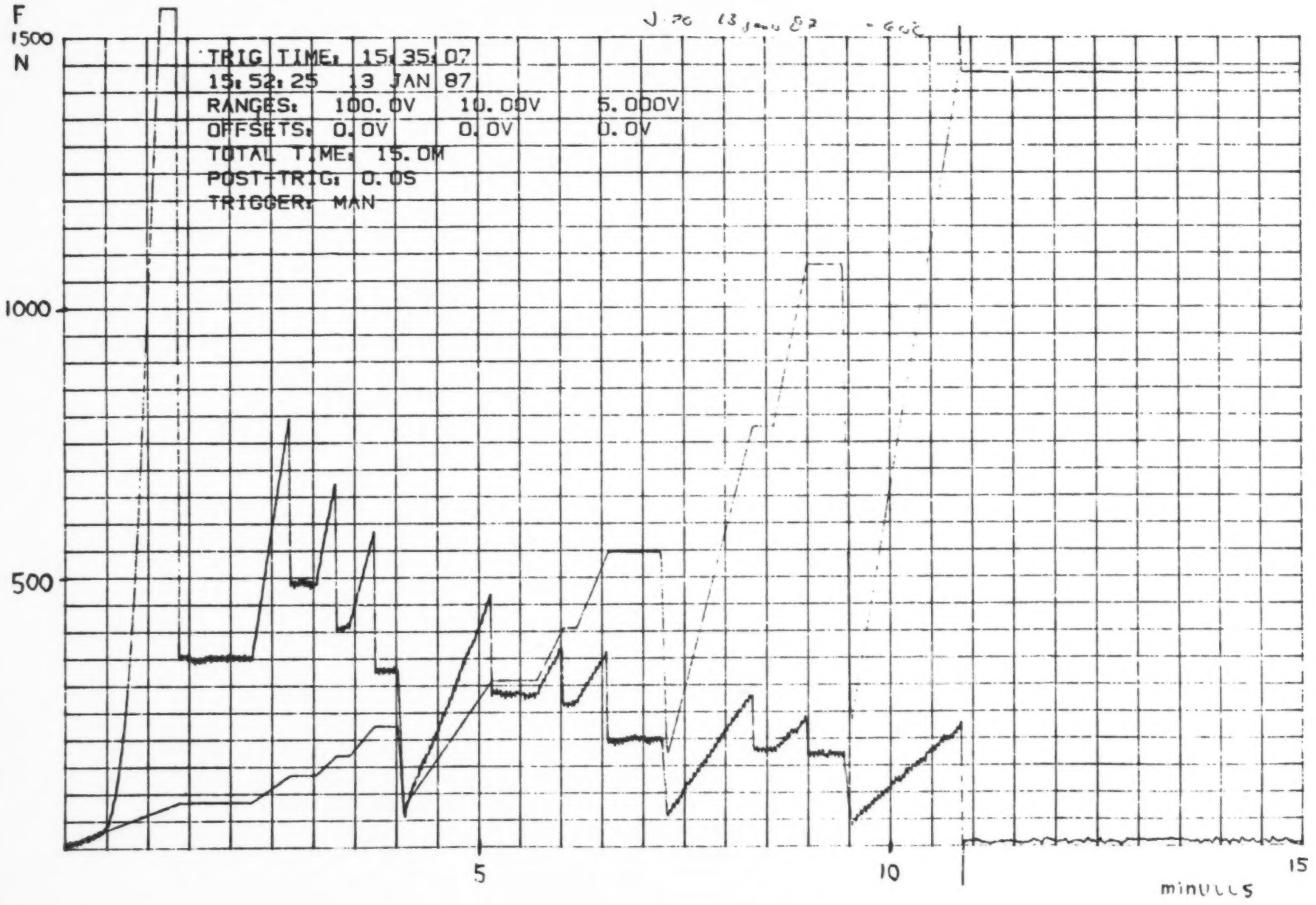

Fig. 4 Exemple de courbe force-temps pour un essai présentant un comportement instable ("stick-slip")

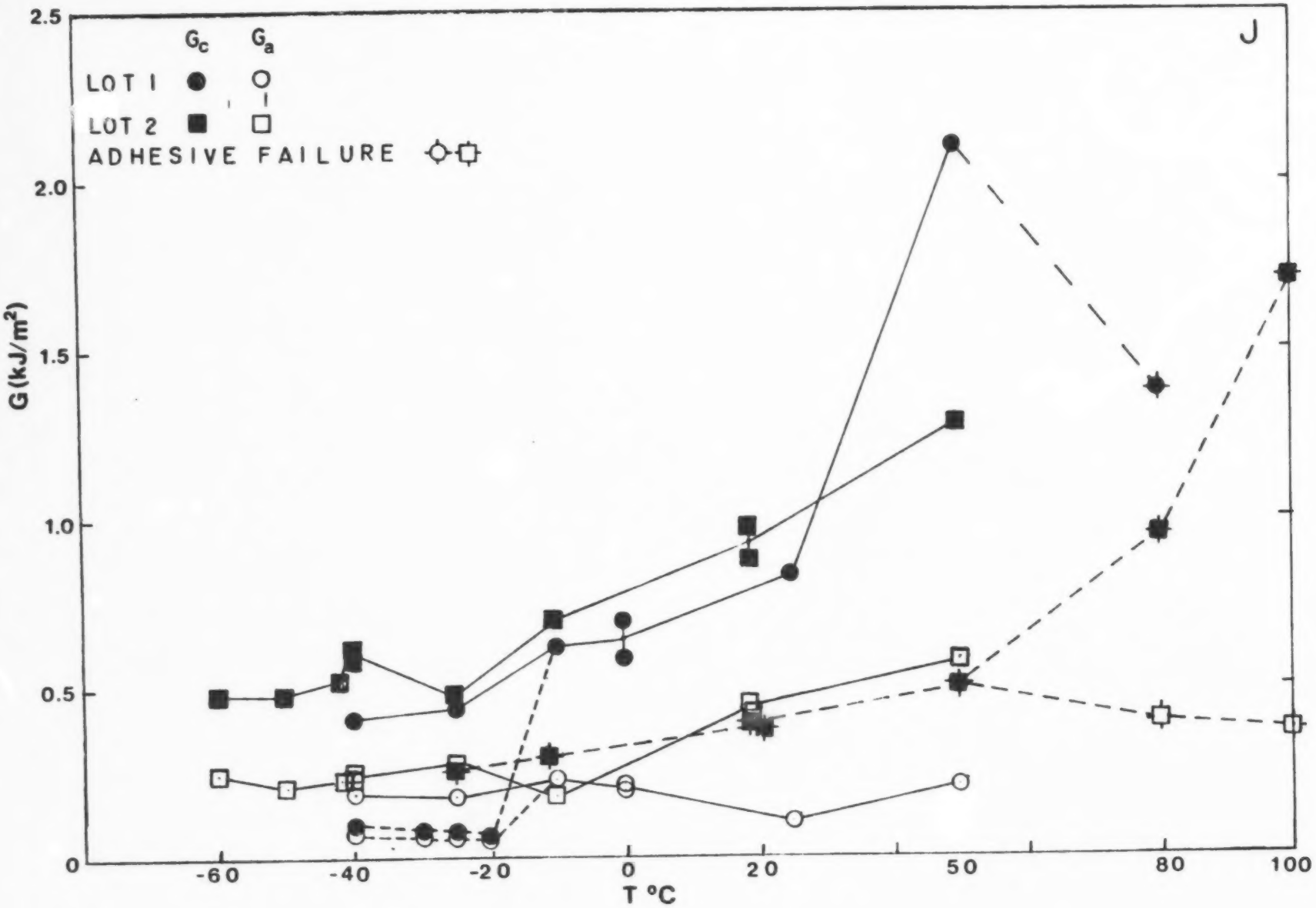

Fig. 5 Courbe G-T° pour la colle J

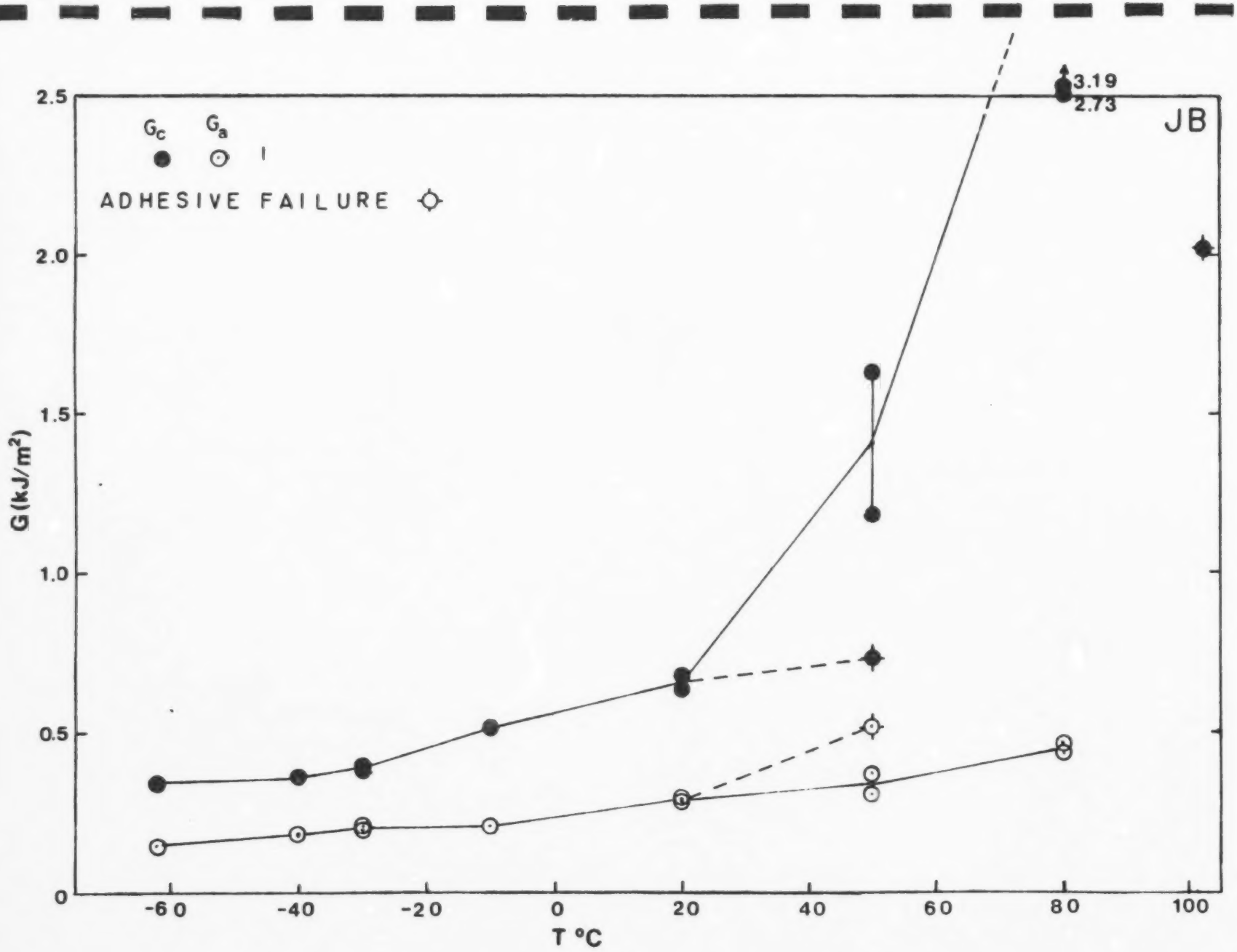

Fig. 6 Courbe G-T° pour la colle JB

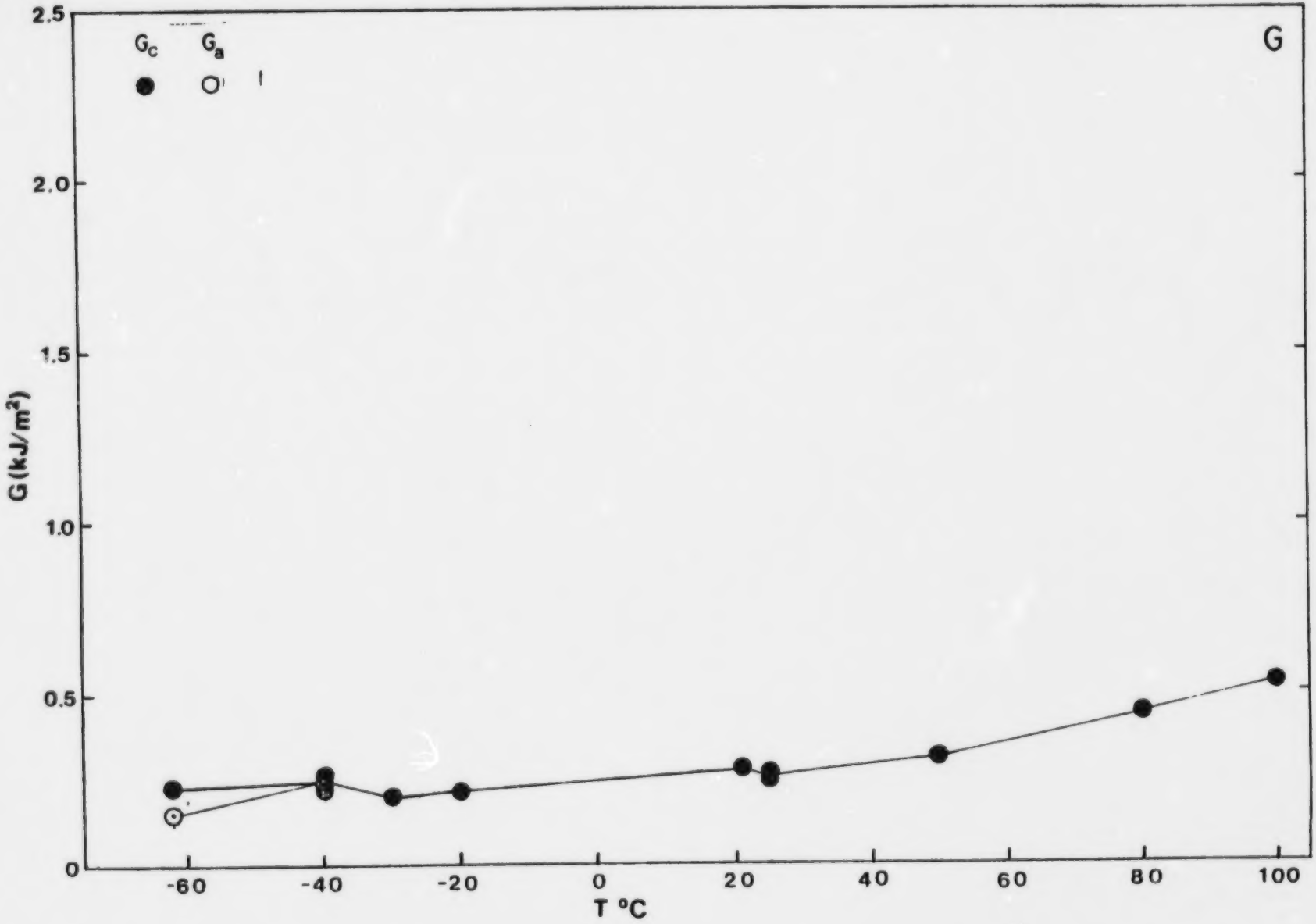

Fig. 7 Courbe G-T° pour la colle G

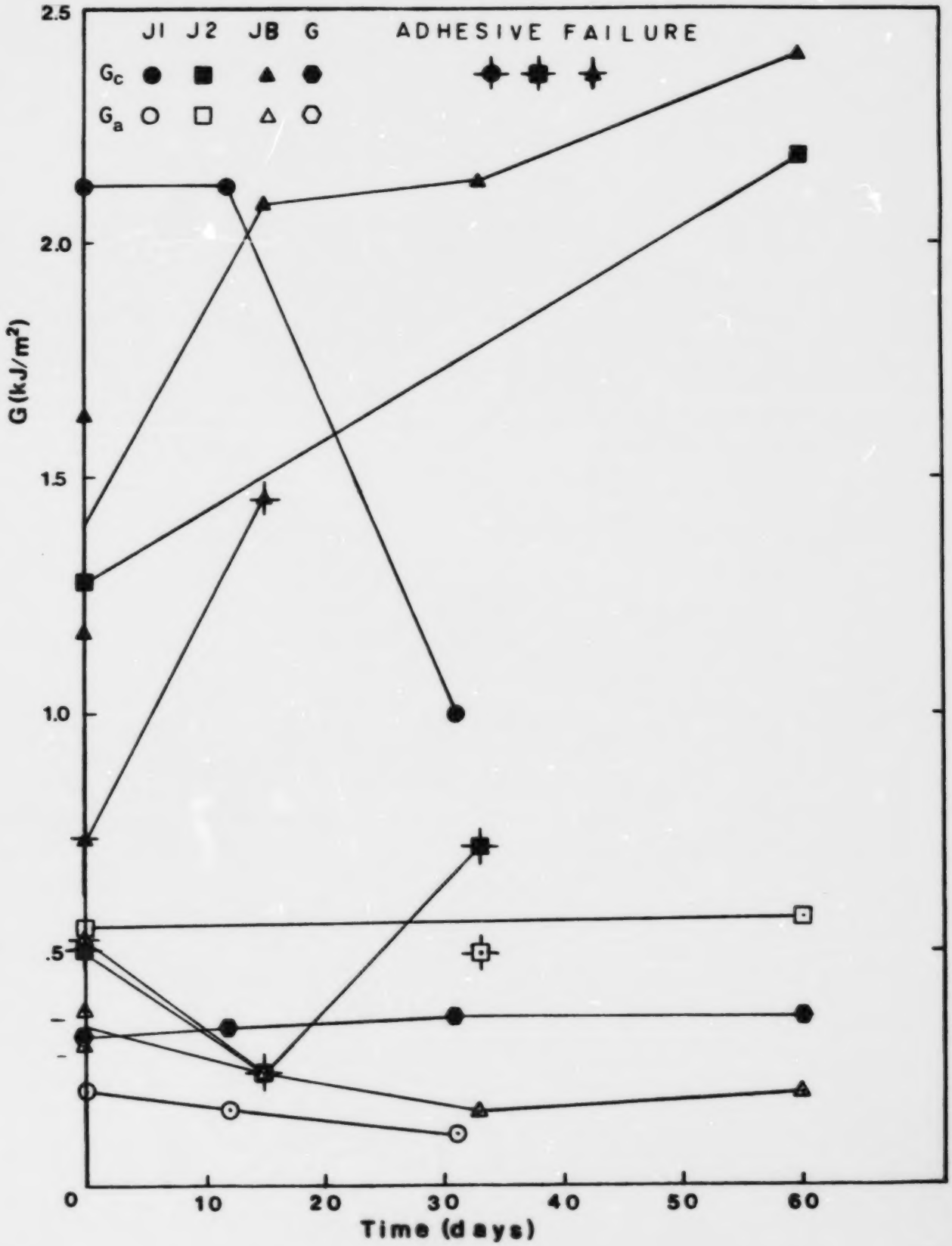

Fig. 8 Courbe de G en fonction du temps de séjour dans l'eau à 50°C

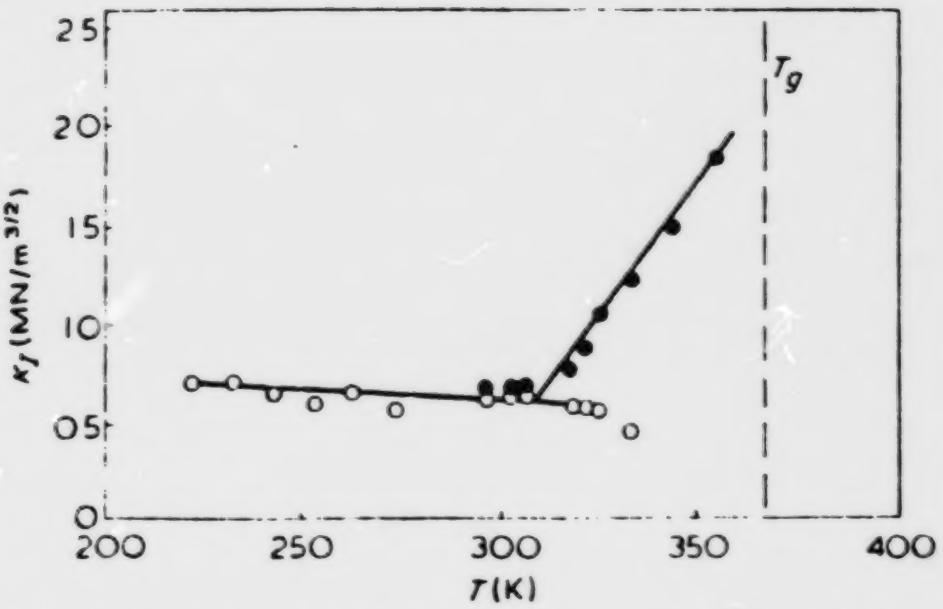

Figure 6 Variation of K_I with temperature for 3.7 mm thick specimen of Epikote 828 cured with 9.8 phr TETA tested at 0.5 mm/min. ●, K_{Ii}; ○, K_{Ia}; ⊙, K_I continuous

Fig. 9 Courbe K-T° pour un échantillon massif en résine époxydique (ref. 3)

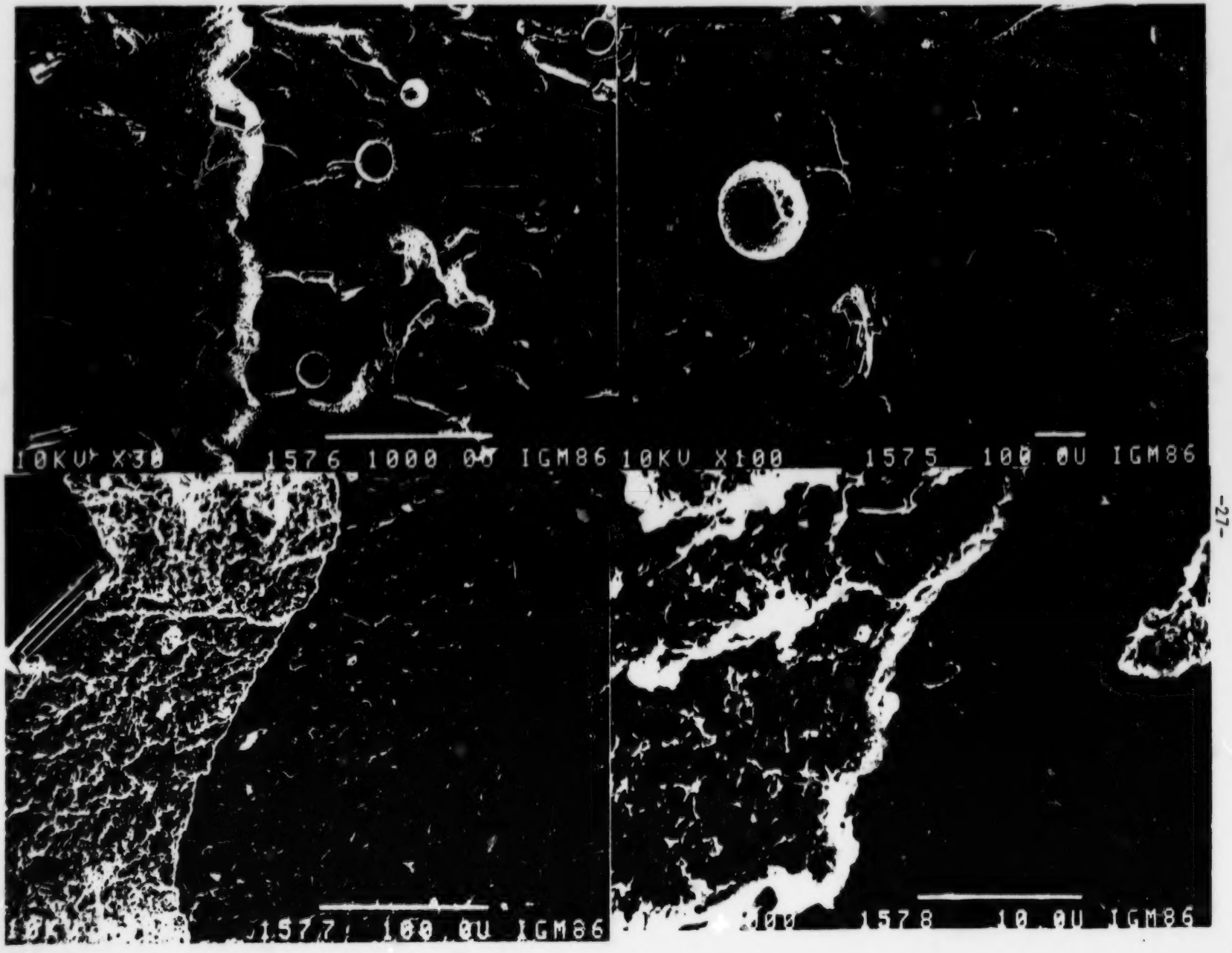

Fig. 10 Surface de rupture de l'échantillon J5 (0°C) à différents grossissements

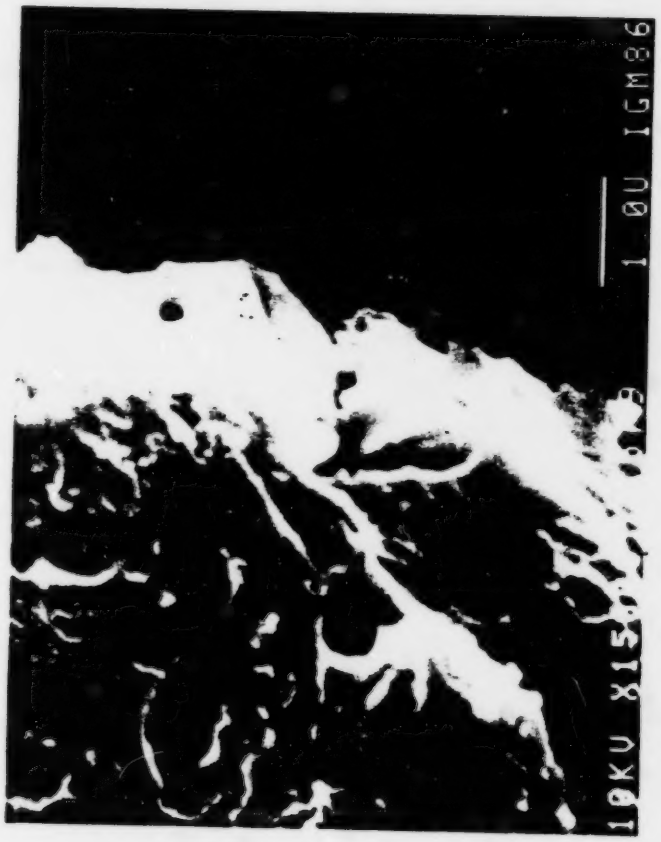

Fig. 10 (suite)

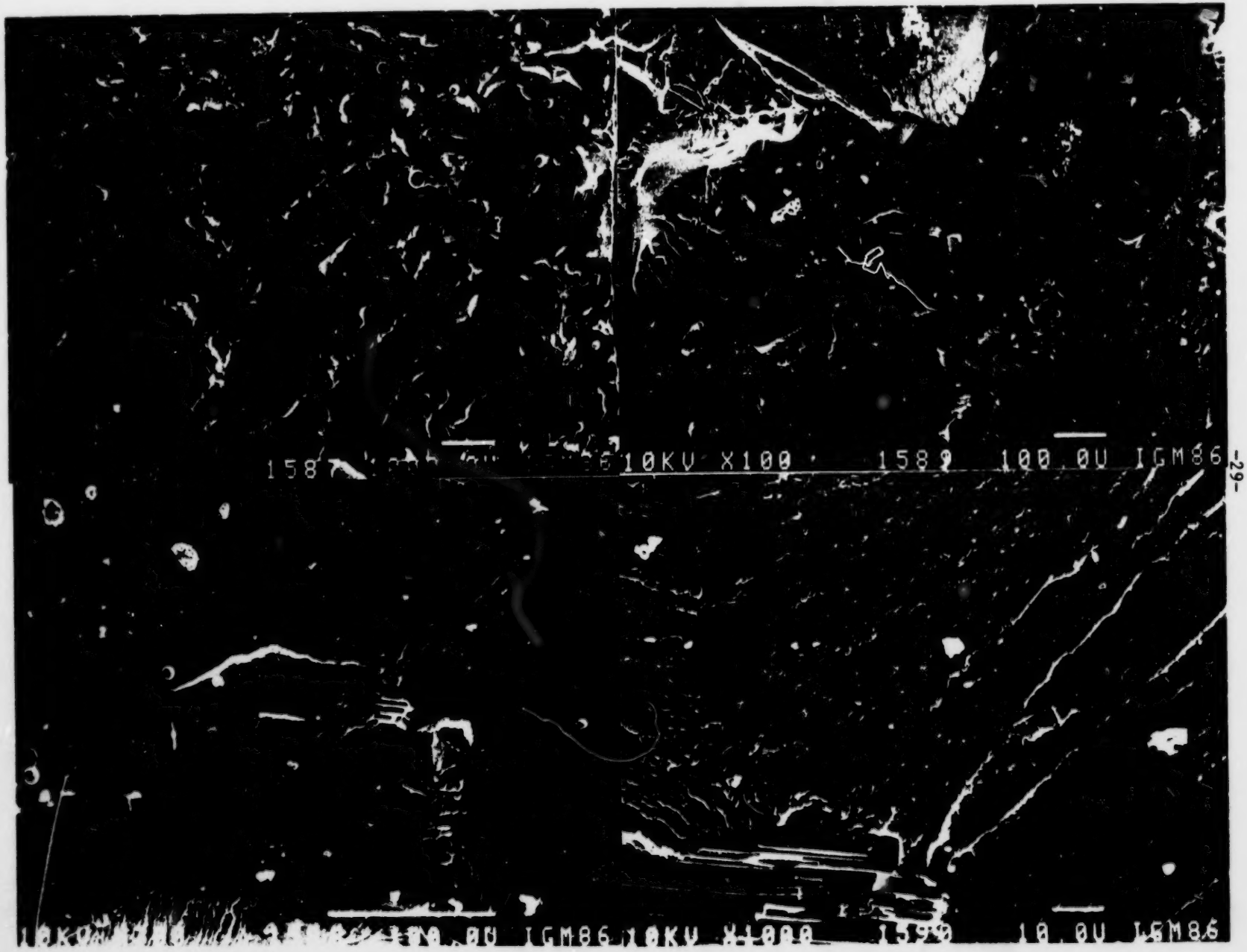

Fig. 11 Surface de rupture de l'échantillon J3 (-30°C) à différents grossissements

Fig. 11 (suite)

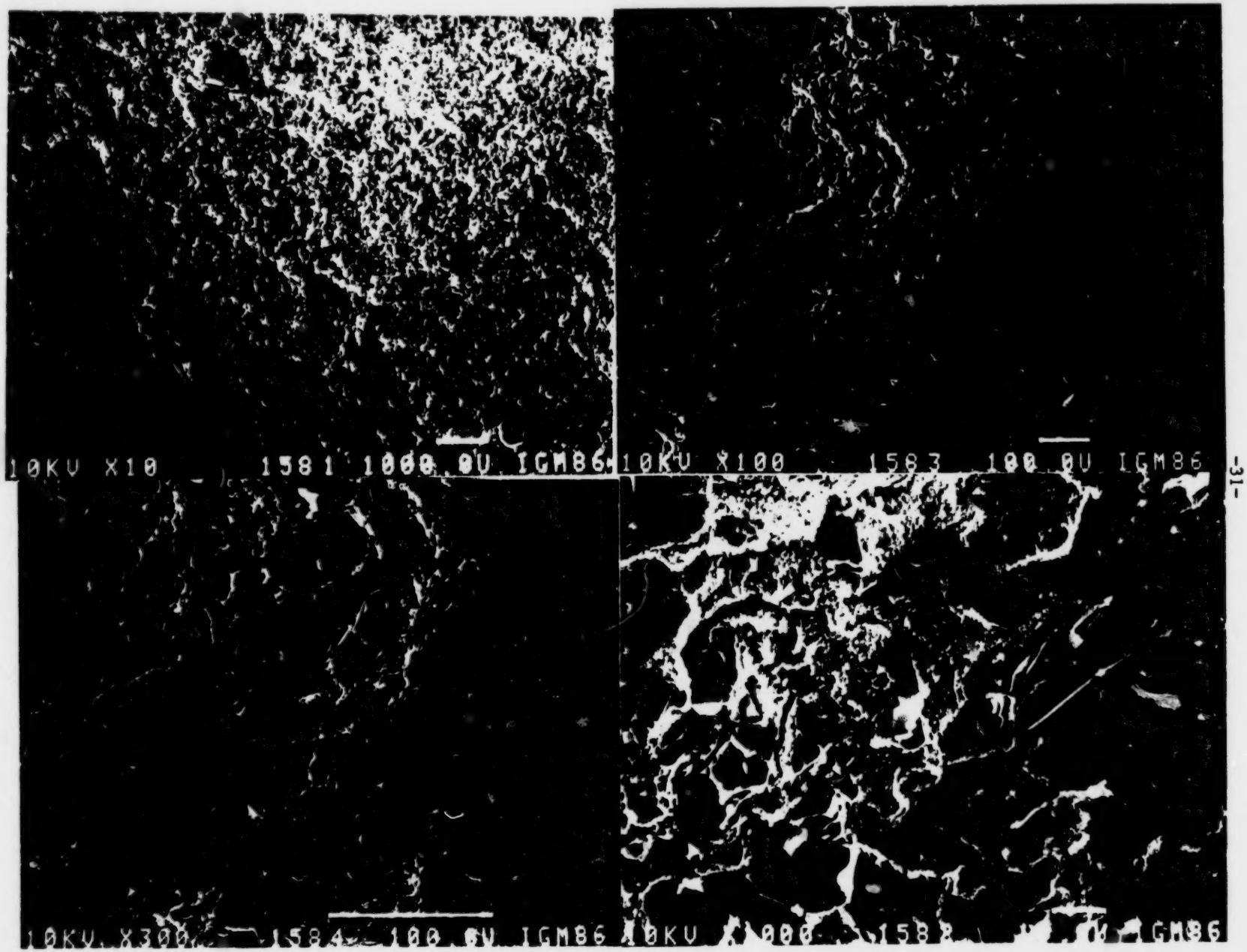

Fig. 12 Surface de rupture de l'échantillon G2 (-30°C) à différents grossissements

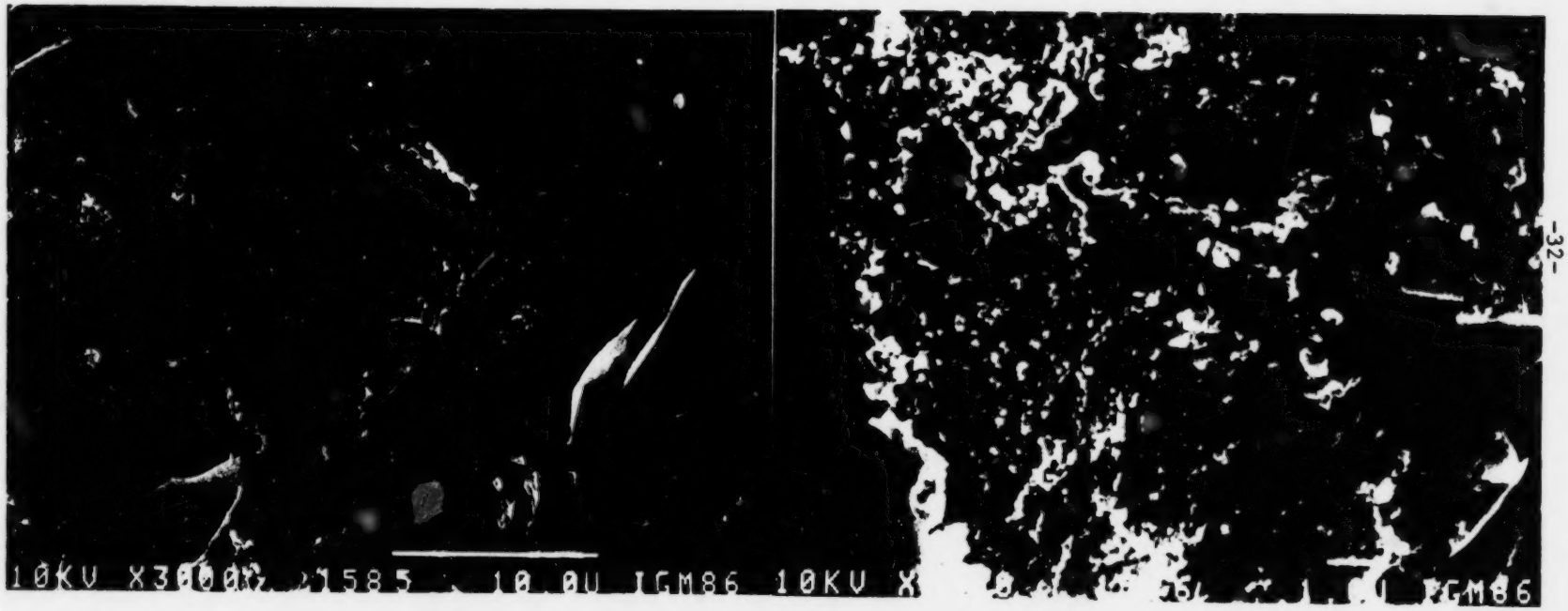

Fig. 12 (suite)

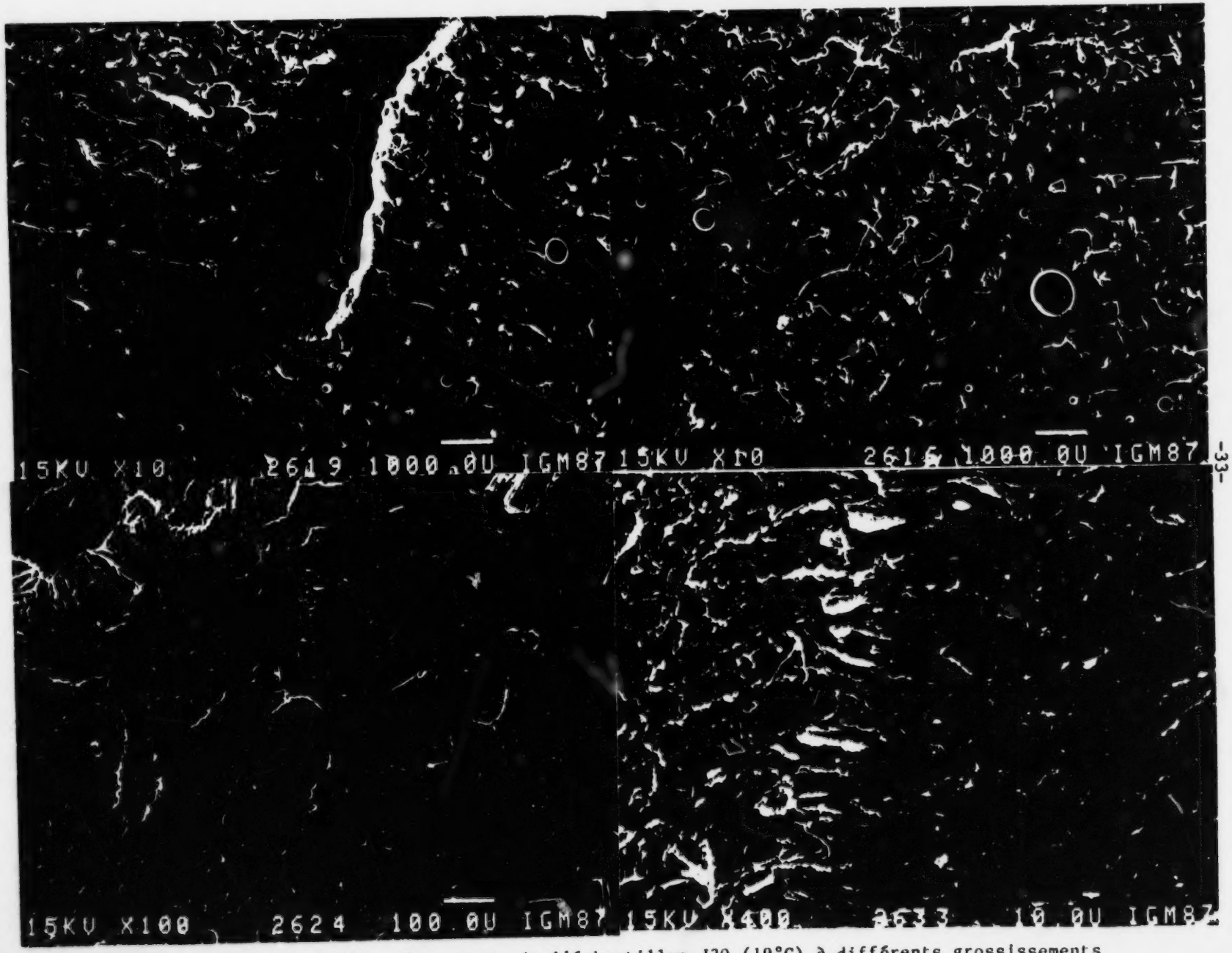

Fig. 13 Surface de rupture de l'échantillon J30 (19°C) à différents grossissements

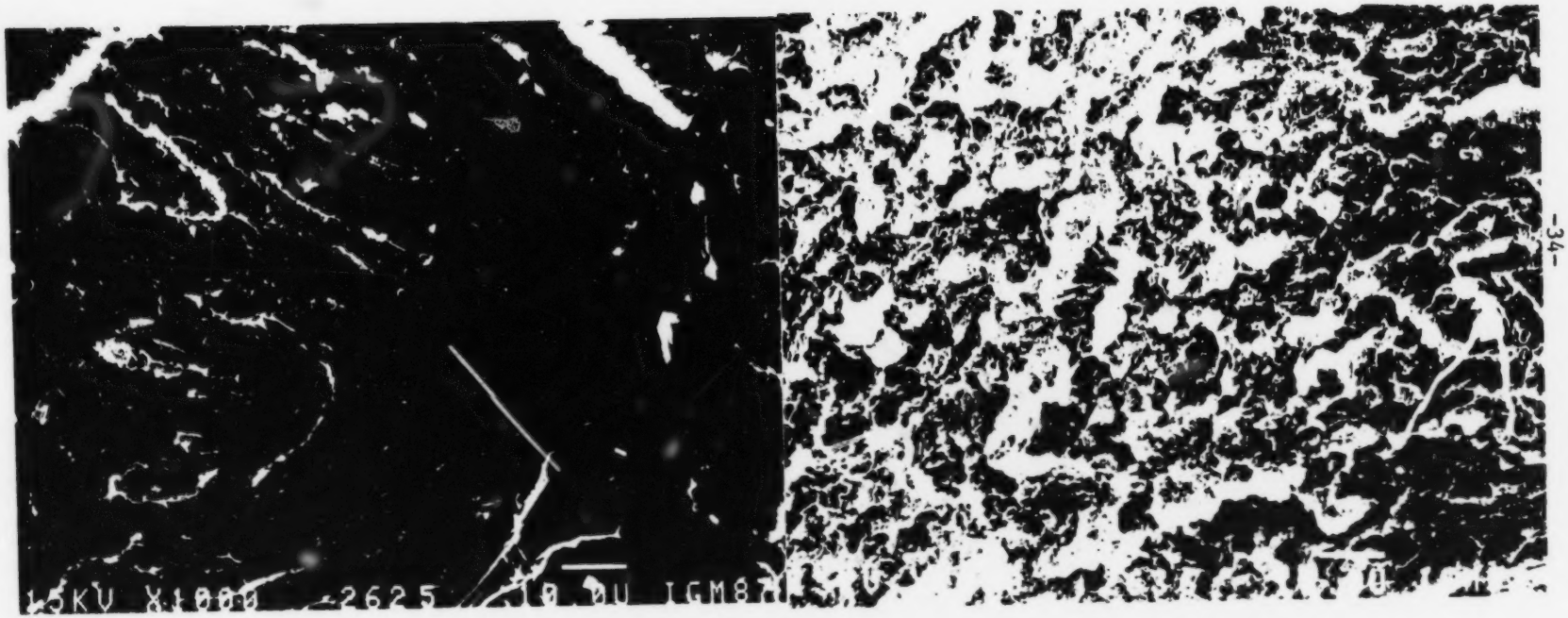

Fig. 13 (suite)

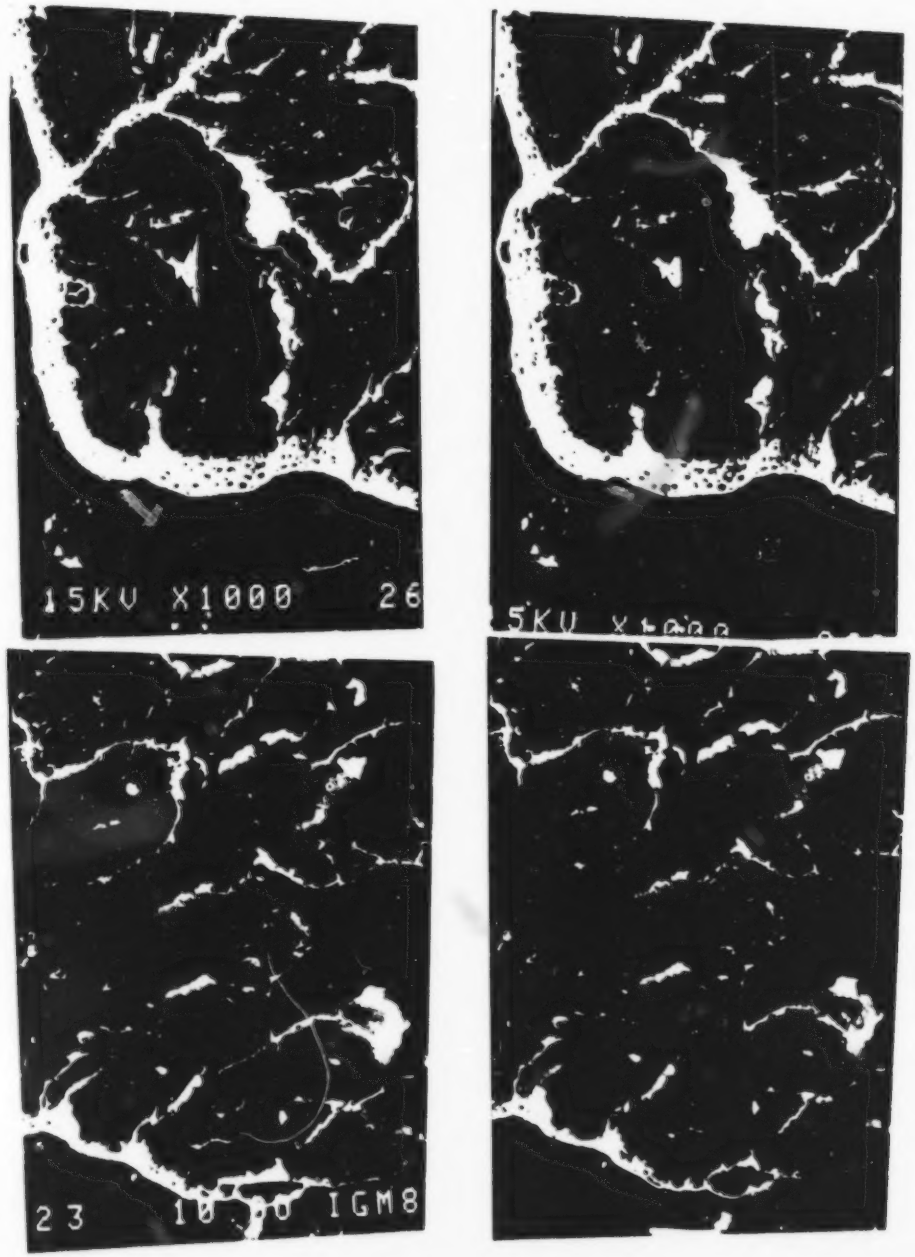

Fig. 14 Paires stéréos de la zone de rupture adhésive de l'échantillon J30

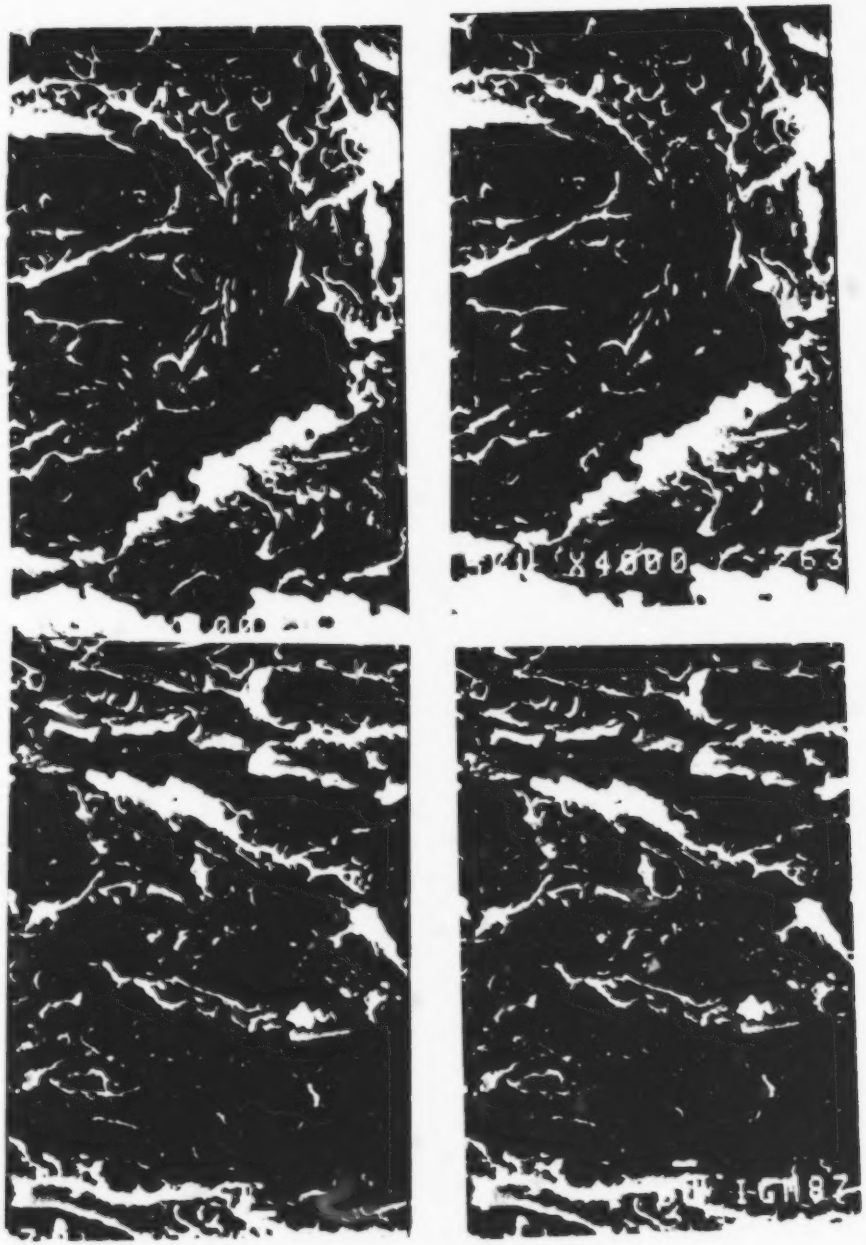

Fig. 15 Paire stéréo de la zone d'une bande d'arrêt de l'échantillon J30

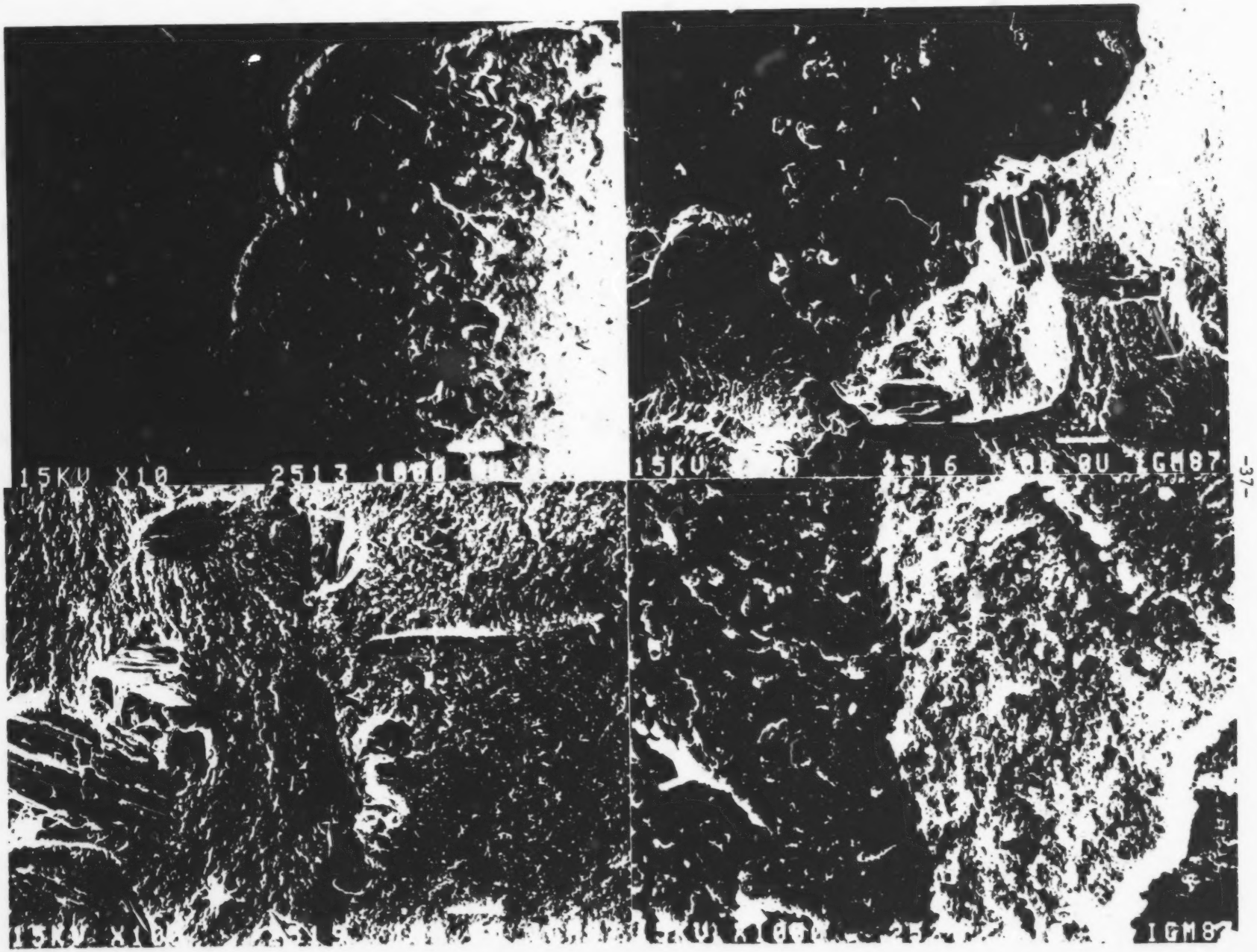

Fig. 16 Surface de rupture de l'échantillon JB1 (20°C) à différents grossissements

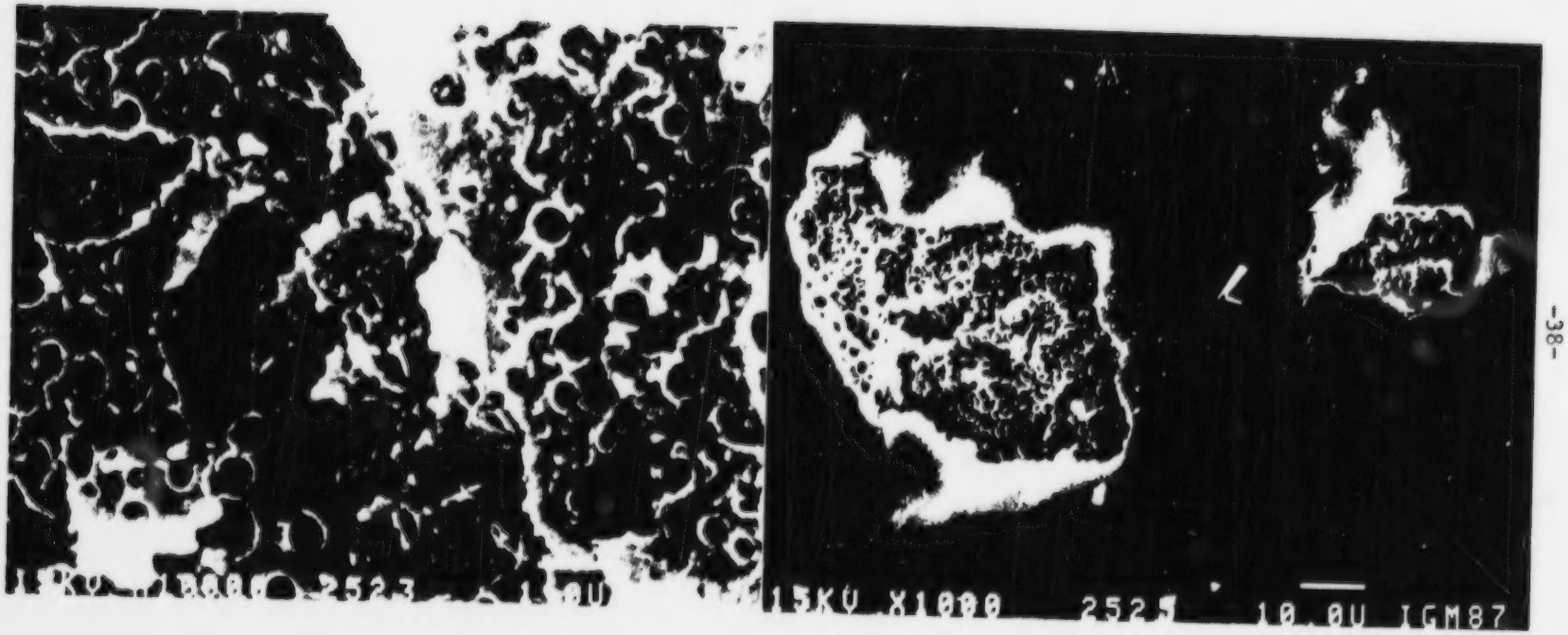

Fig. 16 (suite)

RÉFÉRENCES

1- Standard Practice for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in Bonded Joints, ASTM Standard D3433, Annual Book of ASTM Standards Vol. 15.06 Adhesives, Philadelphia, Pa.

2- Thériault G. et Hamel F.G., "Influence des hautes et basses températures sur les joints collés à l'aide d'une colle acrylique", Rapport IGM86-203-366, CNRC 26434 (août 86).

3- Yamini S. and Young R.J., "Stability of Crack Propagation in Epoxy Resins", Polymer, V18, (Oct. 77), p. 1075-1080

4- Ripling E.J., Mostovoy S. and Patrick R.L., Mat. Res. Stand., Vol 4, No. 3 (1964), p. 129-134.

5- Mostovoy S. and Ripling E.J., "The Fracture Toughness and Stress Corrosion Cracking Characteristics of an Anhydride-Hardened Epoxy Adhesives", J. Appl. Pol. Sci., V15, (1971), 641-659.

6- Ripling E.J., Mostovoy S. and Bersk C., "Stress Corrosion Cracking of Adhesive Joints", J. Adhesion., V3, (1971), 145-163.

7- Cotter J.L., "The Durability of Structural Adhesives", Wake W.C. ed., Applied Science Publishers Ltd, London, (1977), p. 1-24.

8- Bascom W.D. et al., "The Fracture of Epoxy and Elastomer-Modified Epoxy Polymers in Bulk and as Adhesives", J. Appl. Polymer Sci., V. 19 (1975), p. 2545-2562.